

<p>96-189453/20 HENKEL KGAA 94.10.10 94DE-4436066 (96.04.11) C07C 43/13, 41/03, 303/24, 305/10, C11D 1/722</p> <p>New octyl propylene glycol ether, used for e.g. washing powder - prepared by etherification of octanol with propylene oxide, then distillation, and are non-crystallising and dermatologically compatible</p> <p>C96-060538</p> <p>Addnl. Data: SCHMID K, NEUSS M, NITSCHHE M</p>	<p>HENK 94.10.10 *DE 4436066-AI</p> <p>A(10-E1, 12-W12A, 12-W12B) D(11-A1, 11-A1F, 11-A3, 11-A3A1, 11-A5, 11-D, 11-D1A, 11-D7) E(10-A9A, 10-E4F)</p> <p><u>USE</u> (I)-(IV) are used for the prepn. of washing powder, liq. detergents, washing up liquids, handwash pastes, general purpose cleaners, bottle washing machine detergents or metal surface cleaners (claimed).</p> <p><u>ADVANTAGE</u> The cpds. are stable during low temp. storage and their mixts. with other anionic and/or non-ionic surfactants exhibit reduced viscosity, increased dissolution rates (better washing properties) and improved dermatological compatibility compared with prior art non-ionic surfactants or alkyl (ether) sulphates.</p> <p><u>PREPARATIONS</u> (I) are prepd. by etherification of octanol with propylene oxide and then distilling off unreacted alcohol to give a free alcohol content of less than 5 wt.%. (II) are prepd. by sulphating the octyl propylene glycol ether prod. and then neutralising with a base. (III) are prepd. by the same etherification reaction, then opt. distilling off free alcohol and then reacting with 1-10 mols. ethylene oxide. (IV) are prepd. by</p>
<p>Fatty substances of formula $R^1OCH_2CH_3CHOH$ (I) contg. less than 5 wt. % free octanol are claimed. $R^1 = 8C$ alkyl.</p> <p>Also claimed are the prepn. of cpds. of formulae (II)-(IV)</p> <p>$R^1OCH_2CH_3CHOSO_3X$ (II) $R^1OCH_2CH_3O(CH_2CH_2O)_nH$ (III)</p> <p>$R^1OCH_2CH_3(CH_2CH_2O)_nSO_3X$ (IV)</p> <p>X = alkali(ne earth) metal, (alkyl)ammonium, alkanol ammonium or glucammonium; and n = 1-10.</p>	<p>DE 4436066-A+</p>

<p> sulphating (III) and then neutralising with a base. <u>EXAMPLE</u> 116 g (2 mols.) propylene oxide were added to a mixt. of 4 g Na methoxide (30 wt. % soln. in methanol) and 256 g (2 mols.) n-octanol at 140°C and max. 1.5 bar under N₂, then the pH of the cooled and depressurised crude ether was reduced to 7.5 by adding lactic acid, giving an essentially quantitative yield of 370 g prod. The crude ether was heated to ca. 90°C and ca. 20 mbar to distil off 20 g unreacted octanol, with the distillation residue contg. only 0.9 wt. % octanol. </p>	<p> fatty alcohol, 6 wt. % Texapon N70, 10 wt. % Glucocon 600 UP, 13 wt. % APG, 8 wt. % propylene glycol and 48 wt. % H₂O. A mixt. comprising 70 wt. % Texapon N70 and 30 wt. % Na propoxylated (1 mol. PO) ethoxylated (2 mols. EO) n-octanol sulphate had a 40% better cold stability than neat Texapon N70. A mixt. comprising 70 wt. % Texapon N70 and 30 wt. % Na propoxylated (1 mol. PO) n-octanol sulphate exhibited a 25% improvement in crystallisation inhibition than pure Texapon N70. (SN) (12pp2382DwgNo.0/0) </p>
<p> The clouding point of the distilled propoxylated (1 mol. PO) octanol was 7°C, compared with 10°C for the non-distilled cpd. and 17°C for Dobanol 1 (RTM: technical grade undecyl alcohol, 30% branched, 70% linear). A liq. detergent comprising 14 wt. % distilled propoxylated (1 mol. PO) ethoxylated (9 mols. EO) octanol, 6 wt. % ethoxylated (7 mols. EO) coconut fatty alcohol, 6 wt. % Texapon N70 (RTM: ether sulphate), 10 wt. % Glucocon 600 UP (RTM: soap), 13 wt. % APG (RTM: K 8/18C coconut fatty acid salt), 8 wt. % propylene glycol and 43 wt. % H₂O had a viscosity of 250 mPa/s at 20°C, compared with 20000 mPa/s for a liq. detergent comprising 15 wt. % ethoxylated (7 mols. EO) coconut </p>	<p> DE 4436066-A </p>

19 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

12 Offenlegungsschrift
10 DE 44 36 066 A 1

51 Int. Cl.⁸:
C 07 C 43/13
C 07 C 305/10.
C 07 C 303/24
C 07 C 41/03
C 11 D 1/722

21 Aktenzeichen: P 44 36 066.5
22 Anmeldetag: 10. 10. 94
43 Offenlegungstag: 11. 4. 96

DE 44 36 066 A 1

71 Anmelder:
Henkel KGaA, 40589 Düsseldorf, DE

72 Erfinder:
Schmid, Karl, Dr., 40822 Mettmann, DE; Neuß,
Michael, Dr., 50997 Köln, DE; Nitsche, Michael, Dr.,
42655 Solingen, DE

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

54 Fettstoffe

57 Es werden neue Fettstoffe der Formel (I) vorgeschlagen.



in der R¹ für einen linearen oder verzweigten Alkylrest mit 8 Kohlenstoffatomen steht, mit der Maßgabe, daß der Anteil an freiem Octanol kleiner 5 Gew.-% beträgt. Die Octylpropylenglycolether sowie die sich davon ableitenden Sulfate, Ethoxylate und Ethersulfate zeichnen sich durch verbesserte anwendungstechnische Eigenschaften aus.

DE 44 36 066 A 1

Beschreibung

Gebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft neue Fettstoffe, ein Verfahren zur Herstellung der Fettstoffe durch Propoxylierung von Octanol und anschließend Abtrennung freien Fettalkohols, Verfahren zur Herstellung von oberflächenaktiven Derivaten dieser Fettstoffe sowie die Verwendung der Fettstoffe und ihrer Derivate zur Herstellung oberflächenaktiver Mittel.

Stand der Technik

An moderne Wasch-, Spül- und Reinigungsmittel werden ständig wachsende Anforderungen gestellt. Neben besonderer ökotoxikologischer Verträglichkeit besteht ein besonderes Bedürfnis nach einer immer besseren Performance. Hierzu zählt beispielsweise die zuverlässige Vermeidung von Trübungen oder die Kristallbildung bei längerer Lagerzeit und niedrigen Temperaturen. Ein weiterer Punkt, der insbesondere für Pulver- und Extrudatwaschmittel zutrifft, stellt die Verbesserung der Auflösengeschwindigkeit und damit des Einspülvermögens in der Waschmaschine dar. Im Bereich der Flüssigwaschmittel werden Produkte gewünscht, die möglichst wenig Wasser enthalten und dennoch niedrigviskos sind. Die Entwicklung immer neuer Tenside stellt hierzu keine Lösung dar. Vielmehr wird der Fachmann versuchen, durch intelligentes Abmischen Synergien zwischen bekannten Tensiden auszunutzen oder bestehende Produkte und deren Herstellverfahren zu optimieren.

Aus der DE-C1 4243643 (Henkel) sind beispielsweise neue Mischethertypen der Formel $C_8-10 + (PO)_{1,2-1,7} + (EO)_{7-9}$ -butylether bekannt, die sich gegenüber sehr ähnlichen bekannten Typen durch eine verbesserte Netzwirkung auszeichnen.

In der DE-A1 4237178 (Henkel) wird vorgeschlagen, das Kälteverhalten von Vorprodukten für die Herstellung von flüssigen Reinigungsmitteln durch die Zugabe von Niotensiden der Formel $C_6-10 + (PO)_{0,5-3} + (EO)_{4-10}$ und $C_{12-20}(EO)_{4-10}$ zu erreichen.

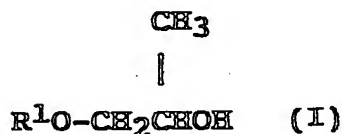
Aus der WO 94/11487 (Unilever) ist schließlich die Verwendung von Undecylalkohol zur Verbesserung der Performance von alkylsulfathaltigen Pulverwaschmitteln bekannt.

Im Hinblick auf die geschilderten Probleme beim Einsatz von anionischen und nichtionischen Tensiden bieten diese Schriften jedoch bestenfalls Teillösungen an. Nach wie vor besteht ein Bedürfnis nach einer Lehre, mit deren Hilfe man sowohl das Problem der Kältestabilität bei nichtionischen Tensiden, das Problem der Kristallisationsneigung von Alkylethersulfaten, das Problem der unbefriedigenden dermatologischen Verträglichkeit von konzentrierten Alkylsulfatpasten, als auch gleichzeitig das Problem der unzureichenden Wasserlöslichkeit von alkylsulfathaltigen Waschmittelpulvern bzw. -extrudaten lösen kann.

Die komplexe Aufgabe der Erfindung hat darin bestanden, eine Lösung für die genannte Vielzahl von Problemen bereitzustellen.

Beschreibung der Erfindung

Gegenstand der Erfindung sind Fettstoffe der Formel (I),



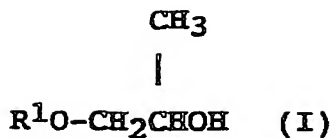
in der R^1 für einen linearen oder verzweigten Alkylrest mit 8 Kohlenstoffatomen steht, mit der Maßgabe, daß der Anteil an freiem Octanol kleiner 5, vorzugsweise kleiner 1 Gew.-% beträgt.

Überraschenderweise wurde gefunden, daß diese erfindungsgemäßen Fettstoffe über ein vorteilhaftes Kälteverhalten verfügen. In Abmischung der Octylpropylenglycolether mit weiteren anionischen und/oder nichtionischen Tensiden wird eine niedrigere Viskosität (flüssige Produkte) sowie eine gesteigerte Auflösengeschwindigkeit und Waschkraft (feste Produkte) beobachtet; zudem kann eine Verbesserung der dermatologischen Eigenschaften festgestellt werden, was die Möglichkeit zur Herstellung hochkonzentrierter, leistungsstarker und doch als reizarm einzustufender Produkte möglich macht.

Die Erfindung schließt die Erkenntnis ein, daß diese überraschenden Eigenschaften sowohl an die ausgewählte chemische Zusammensetzung als auch an die destillative Nachbehandlung gebunden sind. So zeigen Produkte einer längeren Alkylkette und/oder eines höheren Propoxylierungsgrades trotz Nachbehandlung ebensowenig eine verbesserte Kältestabilität wie Octylpropylenglycolether, bei deren Herstellung auf die Abtrennung des freien Octanols nach der Propoxylierung verzichtet wurde.

Der erfinderische Gedanke schließt ferner die Erkenntnis ein, daß die verbesserten anwendungstechnischen Eigenschaften nicht allein auf die Octylpropylenglycolether beschränkt sind, sondern auch in den typischen Folgeprodukten wie beispielsweise den Sulfaten, Ethoxylaten und Ethersulfaten erhalten bleiben. Octylpropylenglycolether stellen damit auch interessante chemischen Zwischenstufen dar.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Fettstoffen der Formel (I),

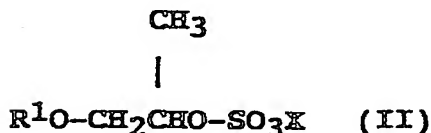


in der R¹ für einen linearen oder verzweigten Alkylrest mit 8 Kohlenstoffatomen steht, das sich dadurch auszeichnet, daß man Octanol in an sich bekannter Weise mit Propylenoxid verethert und anschließend den Anteil an nichtabreagiertem Alkohol destillativ bis auf einen Wert kleiner 5, vorzugsweise kleiner 1 Gew.-% abreichert. 10

Die Herstellung der Octylpropylenglycolether ("Octanol + 1PO") erfolgt in an sich bekannter Weise, vorzugsweise durch Umsetzung von 1 Mol 2-Ethylhexanol und insbesondere n-Octanol mit 1 Mol Propylenoxid in Gegenwart alkalischer Katalysatoren (z. B. Natriummethylat) bei 120 bis 180°C in einem Druckgefäß unter autogenem Druck. Anstelle des bevorzugten n-Octanols kann auch technischer Octylalkohol, wie er beispielsweise als Vorlauf bei der Fraktionierung von Kokosfettalkohol anfällt, eingesetzt werden. 15

Fettalkoholsulfate

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Fettstoffen der Formel (II), 20



in der R¹ für einen linearen oder verzweigten Alkylrest mit 8 Kohlenstoffatomen und X für ein Alkali- und/oder Erdalkalimetall, Ammonium, Alkylammonium, Alkanolammonium oder Glucammonium steht, daß sich dadurch auszeichnet, daß man 30

- a) Octanol in an sich bekannter Weise mit Propylenoxid verethert,
- b) den Anteil an nichtabreagiertem Alkohol destillativ bis auf einen Wert kleiner 5 Gew.-% abreichert,
- c) den Octylpropylenglycolether in an sich bekannter Weise sulfatiert und schließlich
- d) mit Basen neutralisiert. 35

Die Sulfatierung der Octylpropylenglycolether kann in der für Fettsäureniedrigalkylester bekannten Weise [J. Falbe (ed.), "Surfactants in consumer products", Springer Verlag, Berlin—Heidelberg, 1987, S. 61] erfolgen, wobei Reaktoren, die nach dem Fallfilmprinzip arbeiten, bevorzugt sind. Als Sulfiermittel kommen Chlorsulfonsäure und insbesondere gasförmiges Schwefeltrioxid in Betracht. Letzteres wird üblicherweise mit einem inerten Gas, vorzugsweise Luft oder Stickstoff verdünnt und in Form eines Gasgemisches, welches das Sulfieragens in einer Konzentration von 1 bis 8, insbesondere 2 bis 5 Vol.-% enthält, eingesetzt. 40

Das molare Einsatzverhältnis von Ether zu Sulfatierungsmittel kann 1 : 0,9 bis 1 : 1,3 und vorzugsweise 1 : 0,95 bis 1 : 1,05 betragen. Üblicherweise wird die Sulfatierung bei Temperaturen von 20 bis 50°C durchgeführt. Im Hinblick auf die Viskosität der Einsatzstoffe einerseits und die Farbqualität der resultierenden Sulfatierungsprodukte andererseits, hat es sich als optimal erwiesen, die Reaktion in einem Temperaturbereich von 25 bis 35°C durchzuführen. 45

Die bei der Sulfatierung anfallenden sauren Sulfierprodukte werden in wäßrige Basen eingeführt, neutralisiert und auf einen pH-Wert von 6,5 bis 8,5 eingestellt. Als Basen für die Neutralisation kommen Alkalimetallhydroxide wie Natrium-, Kalium- und Lithiumhydroxid, Erdalkalimetalloxide und -hydroxide wie Magnesiumoxid, Magnesiumhydroxid, Calciumoxid und Calciumhydroxid, Ammoniak, Mono-, Di- und Tri-C₂₋₄-Alkanolamine, beispielsweise Mono-, Di- und Triethanolamin sowie primäre, sekundäre oder tertiäre C₁₋₄-Alkylamine sowie Glucamine in Betracht. Die Neutralisationsbasen gelangen dabei vorzugsweise in Form 5- bis 55-gew.-%iger wäßriger Lösungen zum Einsatz, wobei 5- bis 25-gew.-%ige wäßrige Natriumhydroxidlösungen bevorzugt sind. 50

Die Sulfatierungsprodukte können nach Neutralisation in an sich bekannter Weise durch Zusatz von Wasserstoffperoxid- oder Natriumhypochloritlösung gebleicht werden. Dabei werden, bezogen auf den Feststoffgehalt in der Lösung der Sulfatierungsprodukte, 0,2 bis 2 Gew.-% Wasserstoffperoxid, berechnet als 100%ige Substanz, oder entsprechende Mengen Natriumhypochlorit eingesetzt. Der pH-Wert der Lösungen kann unter Verwendung geeigneter Puffermittel, z. B. mit Natriumphosphat oder Citronensäure konstant gehalten werden. Zur Stabilisierung gegen Bakterienbefall empfiehlt sich ferner eine Konservierung, z. B. mit Formaldehydlösung, p-Hydroxybenzoat, Sorbinsäure oder anderen bekannten Konservierungsstoffen. 55 60

Fettalkoholethoxylate

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Fettstoffen der Formel (III), 65



in der R^1 für einen linearen oder verzweigten Alkylrest mit 8 Kohlenstoffatomen und n für Zahlen von 1 bis 10 steht, das sich dadurch auszeichnet, daß man

- a) Octanol in an sich bekannter Weise mit Propylenoxid verethert,
- b) gegebenenfalls den Anteil an nichtabreagiertem Alkohol destillativ bis auf einen Wert kleiner 5 Gew.-% abreichert und
- c) den Octylpropylenglycolether in an sich bekannter Weise mit durchschnittlich 1 bis 10 Mol Ethylenoxid umsetzt.

Die Ethoxylierung der Octylpropylenglycolether kann in Gegenwart saurer, vorzugsweise jedoch alkalischer Katalysatoren wie beispielsweise Natriummethylat, Kaliumhydroxid und dergleichen erfolgen. Werden Produkte mit einer eingeeengten Homologenverteilung gewünscht, bietet sich der Einsatz von Stontium- oder Bariumsulfaten und insbesondere von calcinierten bzw. mit Fettsäuren hydrophobierten Hydrotalciten an. Üblicherweise wird die Reaktion bei Temperaturen im Bereich von 120 bis 150 und vorzugsweise 140 bis 160°C und einem autogenen Druck im Bereich von 1 bis 5 bar durchgeführt. Zur Neutralisation basischer Katalysatoren wird den Produkten in der Regel Phosphorsäure oder Milchsäure zugesetzt.

In diesem Fall ist eine Abreicherung des Anteils an freiem, nicht-propoxyliertem Octanol vor der Ethoxylierung nur dann erforderlich, wenn 1 Mol Octanol + 1 PO mit weniger als 7 Mol Ethylenoxid umgesetzt werden soll. In allen anderen Fällen, also bei höheren Ethoxylierungsgraden, wird der unerwünschte Anteil an freiem Octanol durch die nachfolgende Umsetzung mit Ethylenoxid bis unter die geforderte Grenze abgesenkt. Diese Einschränkung trifft auch dann zu, die Ethoxylate anschließend sulfatiert werden sollen.

Fettalkoholethersulfate

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Fettstoffen der Formel (IV),



in der R^1 für einen linearen oder verzweigten Alkylrest mit 8 Kohlenstoffatomen, n für Zahlen von 1 bis 10 und X für ein Alkali- und/oder Erdalkalimetall, Ammonium, Alkylammonium, Alkanolammonium oder Glucammonium steht, das sich dadurch auszeichnet, daß man

- a) Octanol in an sich bekannter Weise mit Propylenoxid verethert,
- b) gegebenenfalls den Anteil an nichtabreagiertem Alkohol destillativ bis auf einen Wert kleiner 5 Gew.-% abreichert,
- c) den Octylpropylenglycolether in an sich bekannter Weise mit durchschnittlich 1 bis 10 Mol Ethylenoxid umsetzt,
- d) den resultierenden Octylpropylenglycol(poly)ethylenglycolether in an sich bekannter Weise sulfatiert und schließlich
- e) mit Basen neutralisiert.

Die Herstellung der Ethersulfate erfolgt analog der Lehre der Kapitel "Fettalkoholsulfate" und "Fettalkoholethoxylate".

Gewerbliche Anwendbarkeit

Octylpropylenglycolether weisen nach Abtrennung von freiem Octanol ein besonders vorteilhaftes Kälteverhalten auf. Sie ermöglichen die Herstellung niedrigviskoser Flüssigwaschmittelkonzentrate und verbessern die Auflösungsgeschwindigkeit von alkylsulfathaltigen Pulverwaschmitteln. Auch Derivate dieser Ether, insbesondere Sulfate, Ethoxylate und Ethersulfate, die gemeinsam unter dem Begriff "Fettstoffe" subsumiert werden, weisen alleine, insbesondere aber in Abmischung mit anderen Tensiden interessante oberflächenaktive Eigenschaften wie beispielsweise eine verminderte Kristallisationsneigung oder eine verbesserte dermatologische Verträglichkeit auf.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung betrifft schließlich die Verwendung der genannten Fettstoffe zur Herstellung von oberflächenaktiven Mitteln wie beispielsweise Pulverwaschmitteln, Flüssigwaschmitteln, Hand-

geschirrspülmitteln, Handwaschpasten, Allzweckreinigern, Mitteln für die maschinelle Flaschenreinigung und Mitteln zur Entfettung von Metalloberflächen.

In bevorzugten Ausführungsformen der Erfindung können die Octylpropylenglycolether sowie deren Sulfate, Ethoxylate und/oder Ethersulfaten mit anionischen Tensiden vom Typ der Fettalkoholsulfate ("Alkylsulfate") und/oder Fettalkoholethersulfate ("Ethersulfate") sowie nichtionischen Tensiden vom Typ der Fettalkoholpolyglycolether, Mischether und Alkyloligoglucoside abgemischt werden. Die Mischungen können nach bekannten Verfahren des Stands der Technik hergestellt werden. Für den Fall einer Abmischung eines Octylpropylenglycolsulfats bzw. -ethersulfats mit einem anderen Fettalkoholsulfat bzw. -ethersulfat bietet sich eine Cosulfatierung der Ausgangsstoffe an.

Die folgenden Beispiele sollen den Gegenstand der Erfindung näher erläutern, ohne ihn darauf einzuschränken.

Beispiele

I. Herstellbeispiele

Beispiel H1

a) In einem 500-ml-Stahlautoklaven wurden 256 g (2 mol) n-Octanol vorgelegt und mit 4 g Natriummethylat — entsprechend 1 Gew.-% bezogen auf das Endprodukt — in Form einer 30-gew.-%igen Lösung in Methanol versetzt. Der Reaktor wurde verschlossen, dreimal abwechselnd mit N₂ gespült und evakuiert. Anschließend wurde die Reaktionsmischung auf 140°C erhitzt und 116 g (2 mol) Propylenoxid portionsweise aufgepreßt, wobei der Druck nicht über 1,5 bar anstieg. Nach dem Ende der Zugabe wurde der Ansatz 30 min weitergeführt, abgekühlt, entspannt und der rohe Ether mit Milchsäure auf einen pH-Wert von 7,5 eingestellt. Die Ausbeute betrug 370 g und war praktisch quantitativ.

b) Der rohe Octylpropylenglycolether wurde in eine Destillationsapparatur überführt und nichtumgesetztes Octanol bei einer Sumpftemperatur von etwa 90°C und einem verminderten Druck von etwa 20 mbar abdestilliert. Dabei wurden 20 g Octanol zurückgewonnen. Der Destillationsrückstand wies einen Restgehalt an Octanol von 0,9 Gew.-% auf.

Beispiel H2

In einem 1-l-Sulfierreaktor mit Mantelkühlung wurden 186 g (1 mol) Octylpropylenglycolether gemäß Beispiel H1b) vorgelegt und bei 30°C mit 84 g (1,05 mol) gasförmigem Schwefeltrioxid umgesetzt. Das Schwefeltrioxid wurde durch Erhitzen aus einer entsprechenden Menge 65-%igen Oleums ausgetrieben, auf eine Konzentration von 3 Vol.-% verdünnt und innerhalb von 25 min in das Ausgangsprodukt eingeleitet. Nach der Sulfatierung wurde das saure Reaktionsgemisch portionsweise in wäßrige 25-gew.-%ige Natriumhydroxidlösung eingerührt und neutralisiert. Die Kenndaten sind in Tabelle 1 zusammengefaßt:

Tabelle 1

Octylpropylenglycolsulfat-Natriumsalz

Aniontensidgehalt	27 Gew.-%
Unsulfiertes	3 Gew.-%
Natriumsulfat	1 Gew.-%
Wasser	69 Gew.-%
Klettfarbe	69

Der Aniontensidgehalt (WAS) sowie die Unsulfierten Anteile (US) wurden nach den DGF-Einheitsmethoden, Stuttgart 1950—1984, H-III-10 und G-II-6b ermittelt. Die Bestimmung der Klett-Farbzahl erfolgte nach 30 minütiger Bleiche mit 1 Gew.-% einer 35-gew.-%igen wäßrigen Wasserstoffperoxidlösung. Die Messung wurde bei einer Konzentration von 5 Gew.-% Aniontensid, pH = 7 und unter Verwendung einer 1-cm-Rundküvette sowie eines Blaufilters (400 bis 465 nm) durchgeführt.

Beispiel H3

Analog Beispiel H1b) wurden 186 g (1 mol) gereinigter Octylpropylenglycolether in einem Autoklaven vorgelegt mit 2,7 g Natriummethylat versetzt und 88 g (2 mol) Ethylenoxid umgesetzt. Das Octylpropylenglycol-2EO-Addukt wurde als farblose Flüssigkeit in praktisch quantitativer Ausbeute erhalten.

Beispiel H4

In einem 500-ml-Stahlautoklaven wurden 130 g (1 mol) n-Octanol vorgelegt und mit 2,5 g einer 30-gew.-%igen Lösung von Natriummethylat in Methanol versetzt. Der Reaktor wurde verschlossen und dreimal abwechselnd mit Stickstoff gespült und evakuiert. Anschließend wurde die Reaktionsmischung auf 140°C erhitzt und 58,4 g (1 mol) Propylenoxid portionsweise aufgepreßt, wobei der Druck nicht über 1,5 bar anstieg. Nach dem Ende der

Zugabe wurde 30 min nachgerührt und in gleicher Weise 394 g (9 mol) Ethylenoxid aufgegeben. Nach einer Nachrührzeit von wiederum 30 min wurde der Reaktor abgekühlt, entspannt und der basische Katalysator durch Zugabe von Milchsäure neutralisiert. Das Octyl + 1PO + 9EO-Addukt wurde in praktisch quantitativer Ausbeute erhalten.

Beispiel H5

Analog Beispiel H2) wurden 274 g (1 mol) Octylpropylenglycol-2EO-Addukt aus Beispiel H3) mit 84 g Schwefeltrioxid sulfatiert und anschließend mit Natronlauge neutralisiert. Die Kenndaten sind in Tabelle 2 zusammengefaßt:

Tabelle 2

Octylpropylenglycolsulfat-2EO-Natriumsalz

Anionensidgehalt	31 Gew.-%
Unsulfirtes	4 Gew.-%
Natriumsulfat	1 Gew.-%
Wasser	64 Gew.-%
Klettfarbe	55

II. Anwendungstechnische Untersuchungen

Zur Untersuchung der anwendungstechnischen Eigenschaften der erfindungsgemäßen Fettstoffe wurden folgenden Untersuchungen durchgeführt:

- (a) Bestimmung des Kältetrübungspunktes verschiedener Niotenside (Tabelle 3);
- (b) Bestimmung der Viskosität von Flüssigwaschmittelkonzentraten (Tabelle 4);
- (c) Auflösegeschwindigkeit von Pulverwaschmitteln. Hierzu wurden jeweils 10 g verschiedener alkylsulfathaltiger Rezepturen in 100 ml Wasser (30°C, 16° d) gelöst bzw. dispergiert. Nach 30, 120 und 360 s wurden die Lösungen bzw. Dispersionen abfiltriert, der Rückstand getrocknet und ausgewogen (Tabelle 5).

Tabelle 3

Kältetrübungspunkt (KTP)

Beispiel	Niotensid	destilliert	<u>KTP</u> °C
1	Octanol+1PO	ja	7
V1	Octanol+1PO	nein	10
V2	Octanol+2PO	ja	12
V3	Octanol+2PO	nein	13
V4	Decanol+1PO	ja	14
V5	Decanol+1PO	nein	16
V6	Decanol+2PO	ja	16
V7	Undecanol ¹⁾	-	17
V8	Undecanol ²⁾	-	17

1) technischer Undecylalkohol Lial(R) 111

50 % linear, 50 % mehrfach verzweigt

2) technischer Undecylalkohol Dobanol(R) 1 (Shell)

30 % verzweigt, 70 % linear

Tabelle 4

Viskosität von Flüssigwaschmitteln (Angaben als Gew.-%)

Komponente	2	3	V9	V10
Octanol+1PO(dest)+9EO	14	0	0	0
Octanol+1PO(non-dest)+9EO	0	14	0	0
Kokosfettalkohol+7EO	6	6	15	20
Ethersulfat ³⁾	6	6	6	6
Seife ⁴⁾	10	10	10	10
APG ⁵⁾	13	13	13	13
Propylenglycol	8	8	8	8
Wasser	43	43	48	43
Viskosität Höppler 20°C [mPas]	250	330	20000	nm

3) Texapon(R) N70

4) C_{8/18}-Kokosfettsäure-Kaliumsalz

5) Glucopon(R) 600 UP

nm = nicht meßbar, feste Paste

Tabelle 5

Auflösegeschwindigkeit von Pulverwaschmitteln

(Angaben als Gew.-%)

Komponente	4	5	V11
Alkylsulfat ⁶⁾	22	22	22
Octanol+1PO(dest)+9EO	5	0	0
Octanol+1PO(nondest)+9EO	0	5	0
Talgalkohol+40EO	0	0	5
Zeolith A	35	35	35
Natriumperborat	16	16	16
Wasserglas	7	7	7
Natriumsulfat	15	15	15
Rückstand nach 30 s (%)	30	35	50
120 s (%)	20	25	35
360 s (%)	10	18	17

6) Sulfofon(R) 1218 W

III Rezepturbeispiele

Beispiel R1

70 Gew.-% C_{12/14}-Kokosfettalkohol + 2EO-sulfat-Natriumsalz (Texapon® N70, Henkel KGaA, Düsseldorf/FRG)

30 Gew.-% n-Octanol + 1PO/2EO-sulfat-Natriumsalz

Gegenüber einem reinen Texapon® 70 wird eine um 40% verbesserte Kältestabilität erzielt.

Beispiel R2

70 Gew.-% C_{12/14}-Kokosfettalkohol + 2EO-sulfat-Natriumsalz (Texapon® N70, Henkel KGaA, Düsseldorf/FRG)

30 Gew.-% n-Octanol + 1PO-sulfat-Natriumsalz

Das Tensidcompound kann als "reizarm" eingestuft werden und besitzt gegenüber reinem Texapon® N70 eine um 25% verbesserte Kristallisationsinhibierung. Das Compound eignet sich zur Herstellung von Handgeschirrspülmitteln.

Beispiele R3 und R4

70 Gew.-% C_{16/18}-Talgalkoholsulfat-Natriumsalz (Sulfofon® T55, Henkel KGaA, Düsseldorf/FRG)

30 Gew.-% n-Octanol + 1PO-sulfat-Natriumsalz bzw.

14 Gew.-% C_{12/14}-Kokosalkylsulfat-Natriumsalz

56 Gew.-% C_{16/18}-Talgalkoholsulfat-Natriumsalz

30 Gew.-% n-Octanol + 1PO-sulfat-Natriumsalz

Gegenüber reinem Sulfon® T55 wird eine um 35% bzw. 25% verbesserte Auflösegeschwindigkeit in kaltem Wasser (20°C) erreicht. Die Compounds eignen sich beispielsweise zur Herstellung von Handwaschpasten.

Beispiel R5

90 Gew.-% C_{12/18}-Kokos/Talgalkylsulfat-Natriumsalz-Mischung (Sulfofon® 1218 W, Henkel KGaA, Düsseldorf/FRG)
10 Gew.-% n-Octanol + 1PO

Das Tensidcompound läßt sich zusammen mit 20 Gew.-% Zeolith A — bezogen auf die Gesamtmischung — zu einem trockenen Pulver granulieren bzw. extrudieren, das gegenüber reinem Sulfofon® 1218 W/Zeolith-Pulver eine um 25% verbesserte Auflösegeschwindigkeit in kaltem Wasser (20°C) und eine um 10% verbesserte Waschleistung aufweist. Zudem ist das Pulver signifikant trockener.

Beispiel R6

16 Gew.-% Laurylsulfat-Natriumsalz (Texapon® NSO, Henkel KGaA, Düsseldorf)
13 Gew.-% C_{8/16}-Alkylpolyglucosid (Glucopon® 600 UP, Henkel KGaA, Düsseldorf)
12 Gew.-% C_{12/18}-Kokosfettalkohol + 7EO (Lorol® T7, Henkel KGaA, Düsseldorf)
8 Gew.-% n-Octanol + 1PO/8EO
8 Gew.-% C_{12/18}-Kokosfettsäure
5 Gew.-% Kaliumhydroxid
8 Gew.-% Ethanol
30 Gew.-% deionisiertes Wasser

Das Tensidcompound weist eine sehr niedrige Viskosität (nach Brookfield, RTV-Viskosimeter, 20°C, Spindel 1, 10 UpM) von ca. 300 mPas auf und kann als Flüssigwaschmittel eingesetzt werden. Ersetzt man das n-Octyl-1PO/8EO-Addukt durch Lorol® T7 wird hingegen ein schnittfestes Gel erhalten.

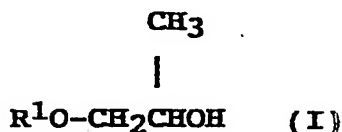
Beispiel R7

80 Gew.-% C_{12/18}-Kokosfettalkohol + 10EO-butylether (Dehypon® LT 104, Henkel KGaA, Düsseldorf)
20 Gew.-% n-Octanol + 1PO/6EO

Das Tensidcompound eignet sich als schaumarmes Netzmittel für die Spritzreinigung von Karosserieblechen.

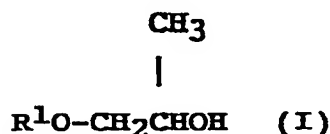
Patentansprüche

1. Fettstoffe der Formel (I),



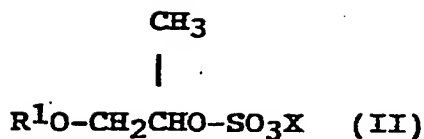
in der R¹ für einen linearen oder verzweigten Alkylrest mit 8 Kohlenstoffatomen steht, mit der Maßgabe, daß der Anteil an freiem Octanol kleiner 5 Gew.-% beträgt.

2. Verfahren zur Herstellung von Fettstoffen der Formel (I),



in der R¹ für einen linearen oder verzweigten Alkylrest mit 8 Kohlenstoffatomen steht, dadurch gekennzeichnet, daß man Octanol in an sich bekannter Weise mit Propylenoxid verethert und anschließend den Anteil an nichtabreagiertem Alkohol destillativ bis auf einen Wert kleiner 5 Gew.-% abreichert.

3. Verfahren zur Herstellung von Fettstoffen der Formel (II),



5

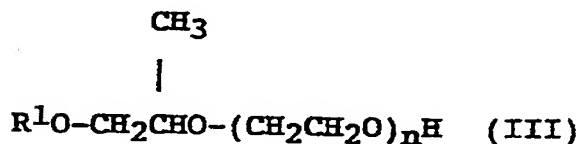
mit 8 Kohlenstoffatomen und X für ein Alkali- und/oder Erdalkalimetall, Ammonium, Alkylammonium, Alkanolammonium oder Glucammonium steht, dadurch gekennzeichnet, daß man

- a) Octanol in an sich bekannter Weise mit Propylenoxid verethert,
- b) den Anteil an nichtabreagiertem Alkohol destillativ bis auf einen Wert kleiner 5 Gew.-% abreichert,
- c) den Octylpropylenglycolether in an sich bekannter Weise sulfatiert und schließlich
- d) mit Basen neutralisiert.

10

4. Verfahren zur Herstellung von Fettstoffen der Formel (III),

15



20

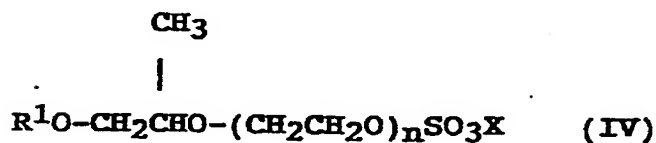
in der R^1 für einen linearen oder verzweigten Alkylrest mit 8 Kohlenstoffatomen und n für Zahlen von 1 bis 10 steht, dadurch gekennzeichnet, daß man

- a) Octanol in an sich bekannter Weise mit Propylenoxid verethert,
- b) gegebenenfalls den Anteil an nichtabreagiertem Alkohol destillativ bis auf einen Wert kleiner 5 Gew.-% abreichert und
- c) den Octylpropylenglycolether in an sich bekannter Weise mit durchschnittlich 1 bis 10 Mol Ethylenoxid umsetzt.

25

5. Verfahren zur Herstellung von Fettstoffen der Formel (IV),

30



35

in der R^1 für einen linearen oder verzweigten Alkylrest mit 8 Kohlenstoffatomen, n für Zahlen von 1 bis 10 und X für ein Alkali- und/oder Erdalkalimetall, Ammonium, Alkylammonium, Alkanolammonium oder Glucammonium steht, dadurch gekennzeichnet, daß man

40

- a) Octanol in an sich bekannter Weise mit Propylenoxid verethert,
- b) gegebenenfalls den Anteil an nichtabreagiertem Alkohol destillativ bis auf einen Wert kleiner 5 Gew.-% abreichert,
- c) den Octylpropylenglycolether in an sich bekannter Weise mit durchschnittlich 1 bis 10 Mol Ethylenoxid umsetzt,
- d) den resultierenden Octylpropylenglycol(poly)ethylenglycolether in an sich bekannter Weise sulfatiert und schließlich
- e) mit Basen neutralisiert.

45

6. Verwendung von Fettstoffen erhältlich nach den Verfahren nach den Ansprüchen 2 bis 5 zur Herstellung von Pulverwaschmitteln, Flüssigwaschmitteln, Handgeschirrspülmitteln, Handwaschpasten, Allzweckreinigern, Mitteln für die maschinelle Flaschenreinigung und Mitteln zur Entfettung von Metalloberflächen.

50

55

60

65

- Leerseite -